

PRODUCTION OF HIGH-BULK DENSITY GRANULAR DETERGENT

Patent Number: JP9279194
Publication date: 1997-10-28
Inventor(s): TANIMOTO HITOSHI; HAYASHI HIROMITSU; UENAKA HIROKAZU
Applicant(s):: KAO CORP
Requested Patent: ☐ JP9279194
Application Number: JP19960095361 19960417
Priority Number(s):
IPC Classification: C11D11/00 ; C11D1/02 ; C11D1/14 ; C11D1/22 ; C11D3/08 ; C11D3/20 ; C11D3/37 ; C11D17/06
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject detergent with no insoluble residue when used, by incorporating a green detergent prepared by evaporating a specific anionic surfactant-contg. slurry to dryness with a polyoxyalkylene alkyl ether fatty acid ester and crystalline silicate powder during crushing and granulation of the green detergent.

SOLUTION: This high-bulk density granular detergent suppressed in the development of insoluble residues when used, is obtained by incorporating a green detergent prepared by evaporating a slurry containing a nono-saponaceous anionic surfactant (e.g. alkylbenzenesulfonic acid salt) to dryness with a polyoxyalkylene alkyl ether fatty acid ester of the formula (R1 CO is a 6-22C saturated or unsaturated fatty acid residue; R2 is a 2-4C alkylene; R3 is a 1-4C alkyl; (n) is the average added number of moles of OR2, being 5-30) and crystalline silicate powder during crushing and granulation of the green detergent. This detergent has a bulk density of $\geq 0.65\text{g/cm}^3$.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 9 - 2 7 9 1 9 4

(43) 公開日 平成 9 年 (1 9 9 7) 1 0 月 2 8 日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C11D 11/00			C11D 11/00	
1/02			1/02	
1/14			1/14	
1/22			1/22	
3/08			3/08	
審査請求 未請求 請求項の数 1 1 O L (全 1 0 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号	特願平 8 - 9 5 3 6 1	(71) 出願人	0 0 0 0 0 9 1 8 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号
(22) 出願日	平成 8 年 (1 9 9 6) 4 月 1 7 日	(72) 発明者	谷本 均 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会 社研究所内
		(72) 発明者	林 宏光 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会 社研究所内
		(72) 発明者	上中 博和 東京都中央区日本橋茅場町 1 - 1 4 - 1 0
		(74) 代理人	弁理士 古谷 馨 (外 3 名)

(54) 【発明の名称】 高嵩密度粒状洗剤の製造方法

(57) 【要約】

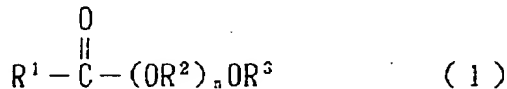
【課題】 高嵩密度粒状洗剤に結晶性珪酸塩を安定に配合でき、しかもその粒状洗剤を使用した際の溶残物の発生を抑制できる高嵩密度粒状洗剤の製造方法を提供する。

【解決手段】 アニオン界面活性剤を含有する洗剤スラリーを乾燥して得られる洗剤生地を破碎し造粒することにより嵩密度が 0.65 g/cm^3 以上の高嵩密度粒状洗剤を製造する際に、前記洗剤生地を破碎及び／又は造粒時に、当該乾燥洗剤生地にポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルと結晶性珪酸塩粉末とを添加する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非せっけん性のアニオン界面活性剤を含有する洗剤スラリーを乾燥して得られる洗剤生地を破碎し造粒することにより嵩密度が 0.65 g/cm^3 以上の高嵩密度粒状洗剤を製造する方法において、前記洗剤生地の破碎及び／又は造粒時に、当該洗剤生地に下記一般式(1)で示されるポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルと結晶性珪酸塩粉末とを添加することを特徴とする高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

【化1】



【式中、

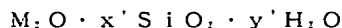
R¹CO: 炭素数6～22の飽和又は不飽和脂肪酸残基R²: 炭素数2～4のアルキレン基R³: 炭素数1～4のアルキル基n: OR²の平均付加モル数を示し、5～30の数】

【請求項2】 前記洗剤生地中の揮発分が1.5～6重量%である請求項1記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

【請求項3】 非せっけん性のアニオン界面活性剤の含有量が、最終粒状洗剤中に10～40重量%である請求項1又は2記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。



【式中、Mは周期律表のIa族元素、MeはIIa、IIb、IIIa、IVaもしくはVIII族元素から選ばれる1種又は2種以上の組み合わせを示し、 $y/x = 1.0 \sim 2.6$ 、 $z/x = 0.01 \sim 1.0$ 、 $n/m = 0.5 \sim$



【式中、Mは周期律表のIa族元素を表し、 $x' = 1.5 \sim 2.6$ 、 $y' = 0 \sim 20$ である。）

【請求項11】 平均粒子径が $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ の無機粉体微粒子を造粒中ないし造粒後に添加することにより、洗剤粒子の表面を無機粉体微粒子で被覆する工程を含む請求項1～10いずれかに記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、粉末洗剤は噴霧乾燥法により得られる低密度品が主流であったが、近年、洗剤の輸送、持ち運びや置き場所などの便宜性からより小型化された高密度洗剤が上市されている。このような高密度洗剤は、一般的には界面活性剤や洗剤ビルダーを含有する水性スラリーを乾燥し洗剤組成物としてこれを高密度化することにより得られる。この高密度化方法には各種の方法が知られており、例えば特開昭51-67302号にはマ

【請求項4】 前記ポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルが、炭素数が実質的に12～16である脂肪酸とエチレンオキサイドが平均で4～12モル付加したポリオキシエチレンメチルエーテルとのエステルである請求項1～3の何れか1項記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

【請求項5】 前記ポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルの添加量が最終粒状洗剤中に0.5～8重量%である請求項1～4の何れか1項記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

【請求項6】 前記結晶性珪酸塩粉末の添加量が最終粒状洗剤中に1～10重量%である請求項1～5いずれかに記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

【請求項7】 前記結晶性珪酸塩粉末の平均粒子径が $1 \sim 40 \mu\text{m}$ である請求項1～6いずれかに記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

【請求項8】 前記結晶性珪酸塩が、 $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O} = 1.0 \sim 2.6$ (Mは周期律表のIa族元素)である請求項1～7いずれかに記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

【請求項9】 前記結晶性珪酸塩が、下記一般式(2)で示される化合物である請求項8記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

2.0、 $w = 0 \sim 20$ である。）

【請求項10】 結晶性珪酸塩が、下記一般式(3)で示される化合物である請求項8記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

(3)

ルメライザー(商品名)と呼ばれる特定の顆粒化装置により噴霧乾燥粒子を高密度化する方法が記載されている。

【0003】 また、近年では、噴霧乾燥粒子をハイスピードミキサー(攪拌転動造粒機)、ヘンシェルミキサー(高速攪拌造粒機)等のようないわゆる縦型ミキサーや、レディゲミキサー等のようないわゆる横型ミキサーにより攪拌造粒して高密度化を達成する方法が知られており、それらの例としては、特開昭61-69897号に開示されているように噴霧乾燥粒子を攪拌造粒して高嵩密度粒状洗剤とする方法や、特開昭62-169900号や特開昭62-366897号に開示されているように噴霧乾燥粒子を圧密成形化した後に粉碎造粒して高嵩密度粒状洗剤とする方法が挙げられる。

【0004】 一方、高嵩密度粒状洗剤に使用可能な高性能の洗浄成分として、最近、特開昭60-227895号や特開平5-184946号に記載されたような結晶性珪酸塩の使用が提案されている。結晶性珪酸塩は、Caiオン補足能とアルカリ緩衝能という洗浄に有効な2つの効果を併せ持つため、より少量で洗浄効果を発揮す

る洗剤の配合組成を組む上で有効な成分であり、洗剤のコンパクト化に有効であると考えられる。

【 0 0 0 5 】

【発明が解決しようとする課題】結晶性珪酸塩の粒状洗剤への通常の配合方法は、粉末形態での添加による。結晶性珪酸塩は水に溶解してしまうと一般の非晶質珪酸塩と同じになり、Caイオン補足能が低下あるいは無くなってしまい、洗浄性能の低下をもたらす。そのために、洗剤スラリーへの結晶性珪酸塩の添加は不都合である。また、結晶性珪酸塩は水分との接触でも非晶質化が進行し、やはりCaイオン補足能が低下あるいは無くなってしまい、洗浄性能の低下をもたらす。

【 0 0 0 6 】また、結晶性珪酸塩は粉末形態で洗剤に配合されるため、非晶質化した場合と同じく洗剤に配合されている成分、例えばゼオライトなどととも難溶性あるいは不溶性化して洗濯後の衣類や洗濯機の槽内に残留してしまうおそれがあり、水を持ち込みやすい成分の使用をひかえたり、乾燥を必要以上に行うなどして、なるべく水分を含まないようにする工夫が必要である。

【 0 0 0 7 】なお、結晶性珪酸塩を高嵩密度粒状洗剤に配合する技術としては、例えば特開平 2 - 1 7 8 3 9 8 号、特開平 7 - 5 3 9 9 2 号、特開平 7 - 1 0 9 4 9 0 号等に開示されているが、結晶性珪酸塩を高密度粒状洗剤に安定に配合し、その粒状洗剤を使用する際に問題となる溶残物の発生を防止する事に関する開示はなく、検討についても不十分である。

【 0 0 0 8 】一方、高嵩密度粒状洗剤は水中に投入した際に沈むので、特に冬季に使用する場合の冷水中での溶解性や、粒子が内部まで稠密である事による溶残物の発生に対処しておく必要があるが、結晶性珪酸塩を使用する場合、溶残物の発生防止のために配合や製法の自由度が制限され、これらの点については十分な解決には至っていない。

【 0 0 0 9 】

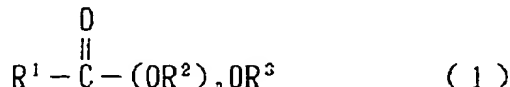
【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意研究の結果、洗剤スラリーを乾燥して得られる洗剤生地を破碎し造粒することにより高嵩密度粒状洗剤を製造する際に、当該洗剤生地を破碎及び／又は造粒時に、特定のポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルと結晶性珪酸塩粉末とを添加することにより、高嵩密度粒状洗剤に結晶性珪酸塩を安定に配合でき、しかも得られた粒状洗剤の水中での溶解性が向上し、また溶残物の発生を抑制でき、且つ溶残物が衣類に付着残留しにくくなることを見出し、本発明を完成するに至った。

【 0 0 1 0 】すなわち本発明は、非せっけん性のアニオン界面活性剤を含有する洗剤スラリーを乾燥して得られる洗剤生地を破碎し造粒することにより嵩密度が 0. 6 5 g / c m³ 以上の高嵩密度粒状洗剤を製造する方法において、前記洗剤生地の破碎及び／又は造粒時に、当該洗剤生地に下記一般式 (1) で示されるポリオキシアル

キレンアルキルエーテル脂肪酸エステルと結晶性珪酸塩粉末とを添加することを特徴とする高嵩密度粒状洗剤の製造方法を提供するものである。

【 0 0 1 1 】

【化 2】



【 0 0 1 2 】〔式中、

R¹CO: 炭素数 6 ~ 2 2 の飽和又は不飽和脂肪酸残基

R₂: 炭素数 2 ~ 4 のアルキレン基

R₃: 炭素数 1 ~ 4 のアルキル基

n: OR₂ の平均付加モル数を示し、5 ~ 3 0 の数〕。

【 0 0 1 3 】本発明の製造方法は、結晶性珪酸塩を含有する嵩密度 0. 6 5 g / c m³ 以上の高嵩密度粒状洗剤をアニオン界面活性剤を含有する洗剤スラリーから得られる洗剤生地を破碎し造粒して製造するに当たって、乾燥洗剤生地の破碎及び／又は造粒時に、つまり造粒物粒子が完成する前に、結晶性珪酸塩粉末とポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルとを添加して粒状洗剤を作ることとを特徴とし、この方法では、結晶性珪酸塩の非晶質化に関与する外気中の水分と結晶性珪酸塩の接触をできるだけ低減するとともに、上記一般式

(1) で示される特定のノニオン界面活性剤を添加することで造粒を良好に進行させることができる。このため、結晶性珪酸塩の非晶質化の抑制が達成され、結晶性珪酸塩の安定な配合が可能となる。従って、従来よりも使用量の少ない高嵩密度洗剤が得られる。また脂肪酸エステル型ノニオン界面活性剤を配合することで冷水中での溶解性が向上し、溶残物の発生が抑制されるとともに溶残物が衣類に付着残留しにくくなる。

【 0 0 1 4 】

【発明の実施の形態】本発明の製造方法は、先ず非せっけん性のアニオン界面活性剤、洗剤ビルダー、更に必要に応じて配合される任意成分を含有する水性スラリーを調製し、公知の方法、例えばドラム乾燥、気流乾燥、真空薄膜乾燥で乾燥するか、好ましくは向流式噴霧乾燥装置等により噴霧乾燥粒子として乾燥洗剤生地を調製する。噴霧乾燥粒子の場合は平均粒径が 3 0 0 ~ 1 0 0 0 μ m 程度が好ましい。

【 0 0 1 5 】またスラリーに配合する非せっけん性のアニオン界面活性剤としては、通常洗剤に用いられるアルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキル硫酸塩、α-オレフィンスルホン酸塩、α-スルホ脂肪酸エステル塩、アルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩、α-スルホ脂肪酸塩、アルカンスルホン酸塩、アルキル又はアルケニルエーテルカルボン酸塩、アミノ酸型界面活性剤、N-アシルアミノ酸型界面活性剤、アルキル又はアルケニルリン酸エステル又はその塩が例示される。アニオン界面活性剤としては、特にアルキルベンゼンスルホン酸塩、ア

ルキル硫酸塩が好ましい。また、非せっけん性のアニオン界面活性剤は、最終嵩密度粒状洗剤中の量で10～40重量%、好ましくは15～35重量%となるように配合される。なお、飽和又は不飽和の脂肪酸塩をスラリー中に0～10重量%の量で配合してもよい。

【0016】本発明では得られた乾燥洗剤生地中の揮発分を1.5～6重量%とするのが好適である。乾燥洗剤生地中の揮発分の調節は、スラリー中の水分、配合成分を調節する、乾燥条件を調節する、乾燥洗剤生地を更に乾燥（二次乾燥）する等のいずれの方法によってもよい。本発明において「揮発分」とは、105℃で2時間乾燥した場合の重量減分のことであり、大半は水分であると考えられる。これにより結晶性珪酸塩の非晶質化がさらに抑制される。

【0017】次いで、得られた乾燥洗剤生地を破碎し造粒して嵩密度0.65g/cm³以上の嵩密度粒状洗剤を製造するが、本発明では、乾燥洗剤生地を破碎及び／又は造粒する時にポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルと結晶性珪酸塩を添加する。本発明の乾燥洗剤生地の作り方は、噴霧乾燥による方法が好ましい。好ましい製法としては、噴霧乾燥粒子を結晶性珪酸塩や他の洗剤原料とともに堅型あるいは横型の攪拌造粒機（特開昭61-69897号公報、特開昭61-69900号公報に例示）に投入してポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルをバインダーとして攪拌造粒する方法や、噴霧乾燥粒子と結晶性珪酸塩やポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステル及び他の洗剤原料をニーダーやリボンミキサー等で捏和あるいは混合した後に押し出し成形機で円柱状に圧密成形したり2本のロールの間を通してシート状に圧密成形し、これらの圧密成形体をハンマーミルやカッターミルやスピードミルなどの粉碎（破碎）造粒機で粒状化する方法等が挙げられる。

【0018】乾燥洗剤生地の破碎及び／又は造粒時に用いられるポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルは、炭素数6～22の飽和又は不飽和脂肪酸と炭素数2～4のオキシアルキレン基が平均で5～30モル付加したポリオキシアルキレン低級アルキル（メチル、エチル、プロピルあるいはブチル）エーテルとのエステルが好ましく、特に炭素数10～16、平均炭素数12～14の脂肪酸とエチレンオキサイドが平均で4～12モル、好ましくは4～10モル付加したポリオキシエチレンメチルエーテルとのエステルが望ましい。乾燥洗剤生地の破碎及び／又は造粒時に添加するポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルは、最終組成物中に0.5～8重量%となるように添加することが好ましい。ポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルの添加をこの範囲で行うと良好な造粒を行うことが出来て、冷水中で溶解性が向上し溶残物の発生が抑制されてしかも洗浄性能が向上する。また、できあが

った粒状洗剤の流動性や固化防止性も良好である

なお、本発明は乾燥洗剤生地を破碎した後、これを造粒するものであるが、破壊と造粒を別々の装置を用いてもよく、ハイスピードミキサーのような破碎されつつ造粒が進行するような装置を用いてもよい。

【0019】また、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルは他の相溶性のある成分（ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、脂肪酸（炭素数8～22の範囲のものが好ましい）等）を含有してもよい。その量は相溶性が保持できる量であることが好ましい。相溶性の成分が造粒粒子中にまんべんなくいきわたることで、洗浄力や粉末物性、保存安定性が向上する。

【0020】本発明では乾燥洗剤生地を破碎及び／又は造粒する時に上記のポリオキシアルキレンアルキルエーテル脂肪酸エステルと共に結晶性珪酸塩を添加する。造粒時に結晶性珪酸塩を添加することで結晶性珪酸塩の周りを乾燥洗剤生地破碎物で取り囲み、外界からの水分による結晶性珪酸塩の非晶質化を抑制する

破碎及び／又は造粒時に添加する結晶性珪酸塩粉末の量は、洗浄性能や洗濯時の溶残物発生の抑制効果の面で、最終組成物中の量として1～10重量%が好ましい。また、結晶性珪酸塩粉末の平均粒子径は1～40μmが好ましい。粒径が小さすぎると水分との接触でより非晶質化しやすくなり洗浄性能や品質が低下しやすく、大きすぎると溶残物として衣料や洗濯機内部に残留しやすくなる。このような平均粒径及び粒度分布を有する結晶性珪酸塩は、振動ミル、ハンマーミル、ボールミル、ローラーミル等の粉碎機を用い、粉碎することによって調製することができる。結晶性珪酸塩の平均粒径及び粒度分布の測定は、レーザー回折式粒度分布測定装置を用いて行った。すなわち、レーザー回折式粒度分布測定装置LA-910型（（株）堀場製作所製）の測定セル内に約200mlのエタノールを注入し、試料約0.5～5mgを懸濁した。続いて、超音波を照射しながら1分間攪拌し、試料の分散を十分に行った後、He-Neレーザー（632.8nm）を入射し、その回折／散乱パターンより粒度分布を測定した。解析は、Fraunhofer回折理論とMie散乱理論とを併用し、液中の浮遊粒子の粒度分布を0.04～262μmの範囲で測定した。平均粒径は、粒度分布のメジアン径とした。

【0021】結晶性珪酸塩粉末は大部分が最終洗剤粒子の内部に分散した状態で存在し、実質的に最終洗剤粒子の表面に露呈していないことが、外界からの水分との接触による非晶質化による洗浄性能低下とさらに炭酸ガス等によるアルカリ緩衝能低下を防止する上で好ましく、また非晶質化の後におこる周囲の成分を巻き込んだ難溶化、不溶化を抑制する上でも内部に分散していることが好ましい。

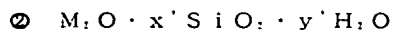
【0022】以下、本発明に用いられる結晶性珪酸塩を

具体的に説明する。本発明に用いられる結晶性珪酸塩は、0.1重量%分散液において11以上のpHを示し、優れたアルカリ能を示す。また、1リットルのイオン交換水に結晶性珪酸塩0.1g添加した後、3分間攪拌を行い、珪酸塩を十分に溶解もしくは分散させた後の溶液のpHが11以上であり、更にこの溶液に0.1規定の塩酸を添加していきpHが10になるまでの量が少なくとも3ml以上であるようなアルカリ緩衝能を示すものである。

【0023】本発明に用いられる結晶性珪酸塩として



(式中、Mは周期律表のIa族元素、MeはIIa、IIb、IIIa、IVaもしくはVIII族元素から選ばれる1種又は2種以上の組合せを示し、 $y/x=1.0 \sim 2.6$ 、 z



(式中、Mはアルカリ金属を表し、 $x'=1.5 \sim 2.6$ 、 $y'=0 \sim 20$ である。)

まず、上記①の組成の結晶性珪酸塩について説明する。一般式(2)において、Mは周期律表のIa族元素から選ばれ、Ia族元素としてはNa、K等が挙げられる。これらは単独であるいは例えばNa₂OとK₂Oとが混合してM₂O成分を構成していてもよい。Meは周期律表のIIa、IIb、IIIa、IVa又はVIII族元素から選ばれ、例えばMg、Ca、Zn、Y、Ti、Zr、Fe等が挙げられる。これらは特に限定されるものではないが、資源及び安全上の点から好ましくはMg、Caである。また、これらは単独であるいは2種以上混合していてもよく、例えばMgO、CaOなどが混合してMe₂O成分を構成していてもよい。また、本発明における結晶性珪酸塩においては、水和物であってもよく、この場合の水和量は

【0025】また、一般式において y/x が1.0~2.6であり、好ましくは1.5~2.2である。 y/x が1.0未満では、ケーキング性などの洗剤組成物の粉末物性に悪影響を及ぼす。 y/x が2.6を越えると、洗浄力が低下する。 z/x は0.01~1.0であり、好ましくは0.02~0.9である。 z/x が0.01未満では耐水溶性が不十分であり、1.0を越えるとイオン交換能が低くなり、イオン交換体として不十分である。 x 、 y 、 z は前記の y/x および z/x に示されるような関係であれば、特に限定されるものではない。なお、前記のように $x\text{M}_2\text{O}$ が例えば $x'\text{Na}_2\text{O} \cdot x''\text{K}_2\text{O}$ となる場合は、 x は $x'+x''$ となる。このような関係は、 $z\text{Me}_2\text{O}$ 成分が2種以上のものからなる場合における z においても同様である。また、 $n/m=0.5 \sim 2.0$ は、当該元素に配位する酸素イオン数を示し、実質的には0.5、1.0、1.5、2.0の値から選ばれる。

【0026】本発明における①の組成の結晶性珪酸塩は、前記の一般式に示されるようにM₂O、SiO₂、Me₂Oの三成分よりなっている。したがって、本発

は、アルカリ金属珪酸塩が好ましく、特にSiO₂/M₂O(但し、Mはアルカリ金属を表す。)が1.0~2.6であるものが用いられる。一方、特開昭60-227895号公報で用いられる結晶性珪酸塩は、SiO₂/Na₂O比(S/N比)が1.9~4.0であるが、本発明においてS/N比が2.6を越える珪酸塩は洗浄力が低下し、また1.0未満の場合は、粉末物性が低下する場合があります、注意を要する。

【0024】本発明に用いられる結晶性珪酸塩として、好ましくは次の組成を有するものが例示される。

$x=0.01 \sim 1.0$ 、 $n/m=0.5 \sim 2.0$ 、 $w=0 \sim 20$ である。)

(3)

明における結晶性珪酸塩を製造するには、その原料として各成分が必要になるが、本発明においては特に限定されることなく公知の化合物が、適宜用いられる。例えば、M₂O成分、Me₂O成分としては、各々の当該元素の単独あるいは複合の酸化物、水酸化物、塩類、当該元素含有鉱物が用いられる。具体的には例えば、M₂O成分の原料としては、NaOH、KOH、Na₂CO₃、K₂CO₃、Na₂SO₄等が、Me₂O成分の原料としては、CaCO₃、MgCO₃、Ca(OH)₂、Mg(OH)₂、MgO、ZrO₂、ドロマイト等が挙げられる。SiO₂成分としてはケイ石、カオリン、タルク、熔融シリカ、珪酸ソーダ等が用いられる。

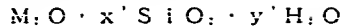
【0027】本発明における①の組成の結晶性珪酸塩の調製方法は、目的とする結晶性珪酸塩の x 、 y 、 z の値となるように所定の量比で上記の原料成分を混合し、通常、300~1500℃、好ましくは500~1000℃、さらに好ましくは600~900℃の範囲で焼成して結晶化させる方法が例示される。この場合、加熱温度が300℃未満では結晶化が不十分で耐水溶性に劣り、1500℃を越えると粗大粒子化しイオン交換能が低下する。加熱時間は通常0.1~24時間である。このような焼成は、通常、電気炉、ガス炉等の加熱炉で行う事ができる。

【0028】本発明における①の組成の結晶性珪酸塩は、イオン交換容量として少なくとも100CaCO₃mg/g以上、好ましくは200~600CaCO₃mg/gを有するものである。

【0029】また、水へのSi溶出量はSiO₂換算で通常110mg/g以下であり、実質的に水に不溶である。なお、本発明において実質的に水に不溶であるとは、試料2gをイオン交換水100g中に加え、25℃で30分攪拌した場合におけるSi溶出量がSiO₂換算で通常110mg/gより少ないものをいうが、本発明においては、100mg/g以下のものが、本効果を満たす上でより好ましい。

【0030】次に、前記②の組成の結晶性珪酸塩につい

て説明する。この結晶性珪酸塩は、一般式 (3)



(式中、Mはアルカリ金属を表し、 $x'=1.5 \sim 2.6$ 、 $y'=0 \sim 20$ である。)で表されるものであるが、一般式 (3) 中の x' 、 y' が $1.7 \leq x' \leq 2.2$ 、 $y'=0$ のものが好ましく、陽イオン交換能が $100 \sim 400 \text{ CaCO}_3 \text{ mg/g}$ のものが使用でき、本発明におけるイオン捕捉能を有する物質の一つである。

【0031】かかる結晶性珪酸塩は、特開昭60-227895号公報にその製法が記載されており、一般的には無定形のガラス状珪酸ソーダを $200 \sim 1000^\circ\text{C}$ で焼成して結晶性とすることによって得られる。合成方法の詳細は例えば Phys. Chem. Glasses, 7, 127-138(1966)、Z. Kristallogr., 129, 396-404(1969)等に記載されている。また、この結晶性珪酸塩は例えばヘキスト社より商品名「Na-SKS-6」($\delta\text{-Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$)として、粉末状、顆粒状のものが入手できる。本発明において、前記①および②の組成の結晶性珪酸塩は、それぞれ単独であるいは2種以上を併用して用いることができる。

【0032】本発明の製造方法においては、さらに良好な流動性を有する高嵩密度粒状洗剤を得るために、平均粒子径が $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ の無機粉体微粒子、好ましくは水不溶性の無機粉体微粒子を、攪拌造粒の終了直前に入れたり、圧密成形体を粉碎造粒する際に存在させたりして洗剤粒子の表面を無機粉体微粒子で被覆することができる。無機粉体微粒子は被覆効果の面から最終組成物中に $1 \sim 10$ 重量%となる量を添加するのが好適である。無機粉体微粒子による表面被覆は、粉末物性の改善以外に結晶性珪酸塩の劣化も防止する。また、無機粉体微粒子を洗剤粒子の表面被覆以外の目的で、例えば造粒性のコントロールを目的とした造粒時の流動性改善、粘着性改善等に使用することは可能である。このような目的に使用する無機粉体微粒子の量は、表面被覆を目的として使用する無機粉体微粒子の量には含めない。無機粉体微粒子を添加する場合は、添加量全量を一度に添加しても良いし、複数回に分けて徐々に添加しても良い。複数の種類の無機粉体微粒子を混合して用いたり、別々に添加することも可能である。また造粒後の洗剤粒子と平均粒子径が $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ の無機粉体微粒子をロータリーキルンやVブレンダーなどの洗剤粒子に直接的な機械力のかかりにくい混合装置に投入して混合することによっても、洗剤粒子の表面を無機粉体微粒子で被覆することができる。この場合、無機粉体微粒子の好適量は最終組成物中に $0.5 \sim 8$ 重量%である。かかる無機粉体微粒子としては、アルミノ珪酸塩、二酸化珪素、無定形シリカ誘導体、炭酸ナトリウム(デンス灰)等が挙げられる。

【0033】更に、本発明の製造方法においては、乾燥洗剤生地の中にもノニオン界面活性剤を含有させることで、最終洗剤粒子中の総ノニオン活性剤量を多くするこ

(3)

とができ、更なる洗浄性能の向上を図ることができる。乾燥洗剤生地中にノニオン活性剤を含有させるには、乾燥に供する洗剤スラリー中にノニオン活性剤を配合して乾燥、好ましくは噴霧乾燥することで達成される。乾燥洗剤生地中に存在させるノニオン界面活性剤は、アルキル鎖長 $12 \sim 15$ 、平均炭素数 $12 \sim 13$ の高級アルコールにエチレンオキサイドを平均で $7 \sim 12$ モル付加したものが好ましい。また乾燥洗剤生地中に存在させるノニオン界面活性剤は、乾燥洗剤生地中に $0.5 \sim 8$ 重量%となるように配合される。また、スラリー中にアルミノ珪酸塩を配合してもよく、具体的には乾燥洗剤生地の破砕及び/又は造粒時に添加する量から、被覆に用いる量を除いた量を配合することが好ましい。アルミノ珪酸塩としては、通常知られているものを使用でき、結晶性であるA、X又はP型のゼオライトの他に、非晶質のものも用いることができる。アルミノ珪酸塩の平均粒子径は $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$ であり、被覆剤として使用する量を含めて最終高嵩密度洗剤粒子中に無水換算で $8 \sim 50$ 重量%、好ましくは $10 \sim 40$ 重量%配合される。

【0034】また本発明では、非晶質珪酸塩を洗剤スラリーに配合して乾燥洗剤生地中に存在させることができる。乾燥洗剤生地中に非晶質珪酸塩が存在すると乾燥粒子が適度な強度を持ってハンドリング性が向上すると共に、造粒されて高嵩密度洗剤粒子になってからも、固化性、流動性が向上する。好ましい非晶質珪酸塩の配合量は、粉末物性の改善効果や洗濯時の溶残物の発生抑止の面から、最終洗剤組成に対して $3 \sim 12$ 重量%が好ましい。非晶性珪酸塩としては非晶性珪酸ナトリウムが挙げられ、これは $SiO_2/Na_2O=1.5 \sim 2.6$ であるものが好ましく、JIS 1号シリケート、JIS 2号シリケートがそれに対応する。

【0035】更に、本発明の製造方法においては、洗剤組成物中に平均分子量 10000 、好ましくは 15000 以上のポリアクリル酸塩、マレイン酸とアクリル酸又はオレフィンとのコポリマー及びポリアセタールカルボキシレートと少なくとも1種を配合することができる。これらは、噴霧乾燥スラリー中に配合することができる。これらのポリマーもしくはコポリマーは、組成物中に $0.5 \sim 10$ 重量%、好ましくは $2 \sim 8$ 重量%配合される。これらのポリマーもしくはコポリマーを配合することにより、高硬度洗濯における衣料への結晶性アルミノ珪酸塩由来の水不溶物の付着がより一層抑制される。

【0036】また、本発明の製造方法においては、一般的なその他の洗剤ビルダーを配合することができる。ビルダーとしては、ソーダ灰等の炭酸塩、硫酸塩、亜硫酸塩、珪酸塩、トリポリリン酸塩、ピロリン酸塩、オルソリン酸塩等の無機ビルダー、クエン酸塩、オキシジコハ

ク酸塩、ニトリロトリ酢酸塩等の有機ビルダーが挙げられる。また、EDTA等の有機キレート剤等を添加することができる。また、酵素を配合することもでき、具体的にはプロテアーゼ、セルラーゼ、アミラーゼ、リパーゼ等が挙げられ、一般に市販されている造粒物を用いることができる。更に、粉末物性を高めるために平均分子量5000~15000のポリエチレングリコールや色移り防止のためにポリビニルピロリドンを添加してもよい。その他の微量成分としては、通常の香料、シリカやシリコンのような抑泡剤、ビフェニル型蛍光増白剤もしくはスチルベン型蛍光増白剤又はそれらを併用した蛍光増白剤、ケーキング防止剤、すすぎ助剤を配合できる。なお、冷水中での分散溶解性維持のために、最終粒状洗剤中に含まれる炭酸ナトリウムの量は20重量%以下が好ましく、硫酸ナトリウムの量は10重量%以下とすることが好ましい。

【0037】また、本発明の製造方法においては、漂白剤組成物を添加することができる。漂白剤組成物は、過炭酸ソーダ、過ほう酸ソーダ、好ましくは過炭酸ソーダ及び種々の漂白活性化剤等で構成され、それらは別途粒子化され本高嵩密度粒状洗剤にドライブレンドされる。また上記酵素や抑泡剤についても別途粒子化されたものがドライブレンドされる。

【0038】

【発明の効果】本発明によれば、洗浄力が高く、しかも流動性が良好で、溶残物の衣類や洗濯機への残留の問題を生じない高嵩密度粒状洗剤が得られる。

【0039】

【実施例】以下実施例にて本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0040】実施例1

(1) 噴霧乾燥粒子の調製

表1に示す成分を水と混合して固形分50重量%の洗剤スラリーを調製した(温度65℃)。この洗剤スラリーを向流式噴霧乾燥装置で噴霧乾燥して噴霧乾燥粒子を得た。得られた噴霧乾燥粒子の揮発分(105℃、2時間の減量)は4%であった。

【0041】

【表1】

成 分	重量部
LAS-Na(C ₁₀ ~C ₁₃)	25
AS-Na(C ₁₂ ~C ₁₆)	3
ノニオン界面活性剤A	2
石 鹼(C ₁₄ ~C ₂₀)	3
ゼオライト(4A型)	10
1号珪酸ナトリウム	9
炭酸ナトリウム(デンス粒灰)	10
炭酸カリウム	2
硫酸ナトリウム	1.5
亜硫酸ナトリウム	0.5
ポリアクリル酸ナトリウム (Mw≒8000)	1
AA/MAコポリマー	3
ポリエチレングリコール (Mw≒13000)	1.5
チノパールCBS-X	0.1
ホワイテックスSA	0.1

【0042】(注)表1中の記号は以下の意味である。

・LAS-Na(C₁₀~C₁₃)：直鎖アルキル(C₁₀~C₁₃)ベンゼンスルホン酸ナトリウム

・AS-Na(C₁₂~C₁₆)：アルキル(C₁₂~C₁₆)硫酸ナトリウム

・ノニオン界面活性剤A：ポリオキシエチレンアルキルエーテル〔アルキル基の炭素12~14(平均12.8)の第1級飽和アルコールにエチレンオキサイドを平均8モル付加したもの〕

・AA/MAコポリマー：アクリル酸/マレイン酸共重合体ナトリウム塩(モノマー比3:7、Mw≒50000、中和度≒80mol%)

・チノパールCBS-X：蛍光染料、ジスチリルビフェニル誘導体(チバガイギー社製)

・ホワイテックスSA：蛍光染料、ビス-(トリアジニルアミノ)-スチルベン-ジスルホン酸誘導体(住友化学(株)製)

(2) 高嵩密度洗剤組成物の調製

上記で得られた噴霧乾燥粒子78重量部と結晶性アルミノ珪酸塩粉末(4A型ゼオライト粉末、平均粒子径2.7μm;東ソー(株)製)3重量部とを事前に混合した上で、結晶性珪酸塩粉末〔SKS-6(粉末);ヘキストトクヤマ(株)製を粉砕したもの、平均粒子径=27μm(レーザー回折式粒度分布測定装置、LA-910型、(株)堀場製作所製で測定)〕5重量部とともにハイスピードミキサー(深江工業(株)製)に投入して、噴霧乾燥粒子を破砕し攪拌造粒した。その際にノニオン界面活性剤(炭素数12の飽和脂肪酸とエチレンオキサ

13

イドが平均 6 モル付加したポリオキシエチレンメチルエーテルとのエステル) 4 重量部をスプレーして添加しながら処理を行った。造粒終了 30 秒前に噴霧乾燥粒子に混合したものと同一粉末ゼオライトを 5 重量部加え表面被覆を行った。次に、この造粒物を 1.3 mm の目開きのふるいでふるい分けし、ふるい上の粗大粒子はフィッツミル (ホソカワミクロン (株) 製) で粉碎した後にふるい通過物と混合した。このふるい分け終了品に対して従前より使用の粉末ゼオライト 4 重量部と酵素 (API-21H; 昭和電工 (株) 製) 1 重量部を V ブレンダーで混合して粒子表面被覆の補完を兼ねた処理を行い、最終粒状洗剤を得た。

【0043】実施例 2

実施例 1 で噴霧乾燥粒子の破碎、造粒時に添加するノニオン界面活性剤として炭素数 12 が 60 重量%で炭素数 14 が 40 重量%の飽和脂肪酸とエチレンオキサイドが平均 15 モル付加したポリオキシエチレンメチルエーテルとのエステルを使用し、造粒終了 30 秒前に添加する無機粉体微粒子として無定形アルミノ珪酸塩粉末 ($0.8\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6.5\text{SiO}_2$ 、平均粒子径 2.1 μm) を使用した以外は実施例 1 と同様にして粒状洗剤を得た。

【0044】比較例 1

実施例 1 で結晶性珪酸塩粉末として未粉碎の SKS-6 (粉末) を用いた以外は実施例 1 と同様の手順で粒状洗剤の調製を行った。

【0045】比較例 2

実施例 1 で造粒時にノニオン界面活性剤を添加せずと同様の手順で粒状洗剤の調製を行った。しかしながら造粒がうまく進行せず、得られた粒状洗剤は嵩密度が低く、平均粒径も小さかった。

【0046】比較例 3

実施例 1 で破碎、造粒時に添加する結晶性珪酸塩粉末と V ブレンダーで添加する粉末ゼオライトを入れ換えて造粒を行い、結晶性珪酸塩粉末は酵素と共に V ブレンダーで洗剤粒子と混合した。それ以外は実施例 1 と同様にして粉末洗剤の調製を行った。

【0047】〔粒状洗剤の評価〕実施例 1、2 及び比較例 1、2、3 について、得られた粒状洗剤の嵩密度及び平均粒子径、並びに粒状洗剤を市販の洗剤に用いられているカートンに充填し、30℃、80%RH の条件下で 1 ヶ月間保存した後 (夏期の倉庫等での保管を想定)、洗浄力、および溶残物残留性について以下の方法により評価を行った。それらの結果を表 2 に示す。

【0048】(1) 洗浄力の評価

評価用洗剤水溶液 1 リットルに、下記組成の汚垢が塗布された 10×10 cm の人工汚染布を 5 枚入れ、ターゲットメーターにて 100 r. p. m. で次の条件で洗浄した。

* 人工汚垢組成

14

綿実油 60 重量%
コレステロール 10 重量%
オレイン酸 10 重量%
パルミチン酸 10 重量%
液体及び固体パラフィン 10 重量%

* 洗浄条件

洗浄時間 : 10 分

洗浄濃度 : 0.067 重量%

水温 : 20℃

10 水の硬度 : 4°DH

すすぎ : 水道水で 5 分間

洗浄力は汚染 (インジケータとしてカーボンブラック) を常用により混入) 前の原布及び洗浄前後の汚染布の反射率を測色計にて測定し、次式によって洗浄率 D (%) を求めた。

$$D(\%) = [(L_1 - L_2) / (L_1 - L_0)] \times 100$$

L_0 : 原布の反射率

L_1 : 洗浄前汚染布の反射率

L_2 : 洗浄後汚染布の反射率

20 (2) 溶残物残留性の評価

松下電器産業 (株) 製全自動洗濯機 5.0 kg 「やさしい愛妻号 NA-F50A1」を用い、これに木綿ブロード (#40) の黒布 5 枚 (1 枚は 30 cm×40 cm) と木綿肌着合わせて 600 g を投入し、5℃の水 40 リットル、洗剤 26.7 g で洗濯 (ふつう) →すすぎ (ふつう、2 回) →脱水 (ふつう、1 回) の合計 30 分の洗濯コースを行い、脱水された黒布を風乾後その表面に付着した溶残物残留量を以下の判定基準に従い評価する。

4 : 白い付着物が試験布の全面にある

3 : 白い付着物が試験布の 3/4 にある

2 : 白い付着物が試験布の 1/2 にある

1 : 白い付着物が試験布の 1/4 にある

0.5 : 白い付着物が試験布の 1/8 にある

0 : 白い付着物は全くない

5 枚の試験布のそれぞれ表裏について評価し、全評点の平均値を評価点とする (0 が最良)。0.2 以上で実用上の問題があるものと判断する。

【0049】

【表 2】

	実 施 例		比 較 例		
	1	2	1	2	3
嵩密度 (g/cm^3)	0.76	0.75	0.74	0.58	0.75
平均粒子径 (μm)	410	400	430	280	410
洗 浄 率 (%)	74	69	68	65	60
溶残物残留性	0.00	0.10	1.00	2.00	2.50

【0050】表 2 でわかるように、使用する結晶性珪酸塩粉末の粒径が大きすぎると、洗浄力が低下して且つ溶残物が発生し実用上の問題がある。また破碎・造粒の際

15

にノニオン界面活性剤を添加しないと洗浄力が低いほかに、造粒がうまく進行せず結晶性珪酸塩が洗剤粒子中へうまく取り込まれないために溶残物残留性が不良である。また、結晶性珪酸塩を造粒時に添加せず、洗剤造粒物と粉体同士で混合を行うのみの場合も、結晶性珪酸塩が外気中の水分や炭酸ガスで変質してしまうために洗浄力が低下し、溶残物残留性が不良となる。

【 0 0 5 1 】 実施例 3

(1) 噴霧乾燥粒子の調製

表 3 に示す成分を水と混合して固形分 5 0 重量 % の洗剤スラリーを調製した (温度 6 5 ° C) 。 この洗剤スラリーを向流式噴霧乾燥装置で噴霧乾燥して噴霧乾燥粒子を得た。得られた噴霧乾燥粒子の揮発分 (1 0 5 ° C 、 2 時間の減量) は 2 . 8 % であった。

【 0 0 5 2 】

【 表 3 】

成 分	重量部
L A S - K (C ₁₀ ~ C ₁₃)	1 5
A O S - K (C ₁₄ ~ C ₁₈)	3
α - S F E - N a (C ₁₄ ~ C ₁₈)	1 2
ノニオン界面活性剤 B	3
石 鹼 (C ₁₄ ~ C ₂₀)	4
ゼオライト (4 A 型)	1 0
炭酸ナトリウム (デス粒灰)	1 0
硫酸ナトリウム	2
亜硫酸ナトリウム	2
ポリアクリル酸ナトリウム (Mw ≒ 8000)	2
ポリエチレングリコール (Mw ≒ 13000)	2
チノパール C B S - X	0 . 2
ホワイテックス S A	0 . 1

【 0 0 5 3 】 (注) 表 3 中の記号は以下の意味である。

・ L A S - K (C ₁₀ ~ C ₁₃) : 直鎖アルキル (C ₁₀ ~ C ₁₃) ベンゼンスルホン酸カリウム

・ A O S - K (C ₁₄ ~ C ₁₈) : α - オレフィン (C ₁₄ ~ C ₁₈) スルホン酸カリウム

・ α - S F E - N a (C ₁₄ ~ C ₁₈) : α - スルホ脂肪酸 (C ₁₄ ~ C ₁₈) メチルエステルナトリウム

・ ノニオン界面活性剤 B : ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンアルキルエーテル [アルキル基の炭素 12 ~ 14 (平均 12 . 8) の第 1 級飽和アルコールにエチレンオキサイドを平均 10 モル、プロピレンオキサイドを平均 5 モル付加したもの]

・ チノパール C B S - X : 蛍光染料、ジスチリルピフェニル誘導体 (チバガイギー社製)

・ ホワイテックス S A : 蛍光染料、ビスー (トリアジニ

16

ルアミノ)ースチルベンジスルホン酸誘導体 (住友化学 (株) 製) 。

【 0 0 5 4 】 (2) 高嵩密度洗剤組成物の調製

上記で得られた噴霧乾燥粒子 6 8 重量部と結晶性珪酸塩粉末 [S K S - 6 (粉末) ; ヘキストクヤマ (株) 製を粉砕したもの、平均粒子径 = 2 7 μ m (実施例 1 と同一) 8 重量部とを、無水炭酸カリウム粉末 (旭電化 (株) 製) 1 0 重量部とともにリボンミキサーに投入して、ノニオン界面活性剤 (炭素数 1 2 の飽和脂肪酸とエチレンオキサイドが平均 7 モル付加したポリオキシエチレンメチルエーテルとのエステル) 4 重量部をスプレーして添加しながら混合を行った。混合したものを前押し出し式 2 軸押し出し造粒機 (ベレッタダブル ; 不二パウダル (株) 製) で直径が 1 0 m m の円柱状に押し出し成形して圧密化した。成型物を結晶性アルミノ珪酸塩粉末 (実施例 1 と同一) を 5 重量部とともにフラッシュミル (不二パウダル (株) 製) で粉砕造粒して表面被覆を行った。この造粒物を 1 . 3 m m の目開きのふるいでふるい分けし、ふるい上の粗大粒子は再度フラッシュミルで粉砕した後にふるい通過物と混合した。このふるい分け終了品に対して従前より使用の粉末ゼオライト 4 重量部と酵素 (サビナーゼ 1 2 . 0 T ; N o v o 社製を 9 0 重量 % とリポラーゼ 1 0 0 T ; N o v o 社製を 1 0 重量 % を酵素造粒物同士混合したもの) 1 重量部を V ブレンダーで混合して粒子表面被覆の補完を兼ねた処理を行い最終粒状洗剤を得た。

【 0 0 5 5 】 実施例 4

実施例 3 で結晶性珪酸塩の平均粒子径を 8 μ m にした以外は実施例 3 と同様の手順で粒状洗剤の調製を行った。

【 0 0 5 6 】 比較例 4

実施例 3 で造粒時にノニオン界面活性剤を添加せずと同様の手順で粒状洗剤の調製を行った。

【 0 0 5 7 】 比較例 5

実施例 3 で破砕、造粒時に添加する結晶性珪酸塩粉末と V ブレンダーで添加する粉末ゼオライトを入れ換えて造粒を行い、結晶性珪酸塩粉末は酵素と共に V ブレンダーで洗剤粒子と混合した。それ以外は実施例 3 と同様にして粉末洗剤の調製を行った。

【 0 0 5 8 】 【 粒状洗剤の評価 】 実施例 3 、 4 及び比較例 4 、 5 について、得られた粒状洗剤の高密度及び平均粒子径、並びに洗浄力及び溶残物残留性について、実施例 1 ~ 2 及び比較例 1 ~ 4 と同様に評価した。それらの結果を表 4 に示す。

【 0 0 5 9 】

【 表 4 】

	実 施 例		比 較 例	
	3	4	4	5
嵩密度 (g/cm^3)	0.81	0.81	0.77	0.78
平均粒子径 (μm)	480	520	500	450
洗 浄 率 (%)	72	66	58	59
溶残物残留性	0.05	0.10	1.00	2.00

【 0 0 6 0 】 実施例 5

実施例 3 で洗剤成型品の粉碎造粒時に添加して洗剤粒子 10

の表面被覆を行う無機粉体微粒子として結晶性アルミノ珪酸塩粉末に代えて、炭酸ナトリウム（デンス粒灰）を乾式アトライター（三井三池化工機（株）製）で粉碎したもの（平均粒子径 $7.5 \mu\text{m}$ ）を使用した。それ以外は実施例 3 と同様にして粉末洗剤を得た。得られた粉末洗剤について、実施例 1 ～ 2 及び比較例 1 ～ 4 と同様に評価をしたところ、嵩密度は $0.78 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、平均粒子径は $510 \mu\text{m}$ 、洗浄率は 68%、溶残物残留性は 0.00 であった。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

3/20

3/20

3/37

3/37

17/06

17/06